

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-012499  
(43)Date of publication of application : 15.01.2002

(51)Int.Cl.

C30B 29/06  
C30B 15/04  
C30B 23/02  
C30B 25/18  
H01L 21/208

(21)Application number : 2000-190766  
(22)Date of filing : 26.06.2000

(71)Applicant : SUMITOMO METAL IND LTD  
(72)Inventor : TANAKA TADAMI  
ONO TOSHIKI  
ASAYAMA HIDEKAZU

## (54) SINGLE CRYSTAL PULLING-UP METHOD AND EPITAXIAL WAFER PRODUCED BY THE METHOD

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a high quality epitaxial wafer reduced in epitaxial flaw density.  
SOLUTION: This single crystal pulling-up method is characterized in that the time required for passing the temperature region of 1,150-1,050° C is regulated to more than 50 min and/or that of 1,050-950° C is regulated to less than 40 min in a process for pulling up the single crystal while growing from a nitrogen-doped silicon raw material melted liquid. The epitaxial wafer is produced by growing an epitaxial layer on the surface of the silicon wafer which is cut out from the single crystal pulled up by the above method.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]  
[Date of sending the examiner's decision of rejection]  
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]  
[Date of final disposal for application]  
[Patent number]  
[Date of registration]  
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

[特許]2002-204703

[受付日]平成16.05.21

1

【物件名】

(1) 刊行物1: 特開2002-012499号公報

【添付書類】

7  211

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-12499

(P2002-12499A)

(43) 公開日 平成14年1月15日(2002.1.15)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	FI	ターコード(参考)
C30B 29/06	502	C30B 29/06 502 J	4G077
			D 5F053
	15/04		
	23/02		
	25/18		
審査請求 未請求 請求項の数4	OL	(全7頁)	最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-190766(P2000-190766)

(22) 出願日 平成12年6月26日(2000.6.26)

(71) 出願人 000002118

住友金属工業株式会社  
大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 田中 忠美

佐賀県杵臼郡江北町上小田2201 住友金属  
工業株式会社シチックス事業本部内

(72) 発明者 小野 敏昭

佐賀県杵臼郡江北町上小田2201 住友金属  
工業株式会社シチックス事業本部内

(74) 代理人 100103481

弁理士 森 道雄 (外1名)

最終頁に続く

(64) 【発明の名称】 単結晶の引上げ方法およびそれを用いて製造されたエピタキシャルウェーハ

## (57) 【要約】

【課題】 エピタキシャル欠陥密度を少なくし、高品質のエピタキシャルウェーハを製造することができる。

【解決手段】 (1) 真鍮がドーブされたシリコン原料融液から単結晶を成長させながら引上げる方法であって、前記単結晶の引上げ速度で1150～1050℃の温度領域の通過時間を50分以上、または／および1050～950℃の温度領域の通過時間を40分以下とすることを特徴とする単結晶の引上げ方法である。

(2) 上記(1)の方法によって引上げられた単結晶から切り出されたシリコンウェーハの表面上に、エピタキシャル層を成長させることを特徴とするエピタキシャルウェーハである。

(2)

特開2002-12499

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】窒素がドーブされたシリコン原料融液から単結晶を成長させながら引上げる方法であって、前記単結晶の引上げ過程で1150～1050℃の温度領域での通過時間を60分以上とすることを特徴とする単結晶の引上げ方法。

【請求項2】窒素がドーブされたシリコン原料融液から単結晶を成長させながら引上げる方法であって、前記単結晶の引上げ過程で1050～950℃の温度領域での通過時間を40分以下とすることを特徴とする単結晶の引上げ方法。

【請求項3】窒素がドーブされたシリコン原料融液から単結晶を成長させながら引上げる方法であって、前記単結晶の引上げ過程で1150～1050℃の温度領域での通過時間を60分以上とし、次に1050～950℃の温度領域での通過時間を40分以下とすることを特徴とする単結晶の引上げ方法。

【請求項4】請求項1～請求項3のいずれかに記載の方法によって引上げられた単結晶から切り出されたシリコンウェーハの表面上に、エピタキシャル層を成長させることを特徴とするエピタキシャルウェーハ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体デバイス用のシリコン単結晶の引上げ方法、およびその方法で引上げられたシリコン単結晶から製造されたエピタキシャルウェーハに関する。さらに詳しくは、窒素ドーブされた単結晶から切り出されたウェーハにエピタキシャル層を成長させる際に、エピタキシャル層中に発生する積層欠陥や転位等の欠陥（以下、「エピタキシャル欠陥」という）の発生が少ない、高品質なエピタキシャルウェーハとその素材となる単結晶の引上げ方法に関するものである。

## 【0002】

【従来技術】従来から、半導体デバイス用として使用されるシリコン単結晶は、チョクラルスキー法（以下、「CZ法」という）によって製造される。図6はCZ法を用いた製造装置の概略構成を説明する縦断面図であるが、その装置の中心位置に坩堝1が配置され、石英製容器1aとこの外側に嵌合された黒鉛製容器1bとから構成されている。坩堝1の外周には、加熱ヒーター2が配置されており、坩堝1内にはこの加熱ヒーターによって熔融されたシリコン原料の融液3が収容されている。坩堝1の上方には、引上げ軸4が種結晶5を装着して施設されており、種結晶5の下端から単結晶6を成長させながら引上げるようになっている。そして、成長する単結晶6を圍繞して熱シールド材7が配置される。近年、シリコン半導体デバイスの集積高密度化は、急速に進展しており、デバイスを形成するシリコンウェーハの品質に関する要求は厳しくなっている。例えば、ウェーハ上でデバ

イスが形成される、いわゆる「デバイス活性領域」において、転位等の結晶欠陥や金属系不純物はリーク電流の増大やキャリアのライフタイム低下原因となることから、高集積化で形成される回路が微細になるにともない、一層厳しく制限される。

【0003】上述のCZ法によって製造されたシリコン単結晶から切り出されたウェーハには、通常、 $10^{12}$  atoms/cm<sup>2</sup>程度の過剰な酸素が含まれている。この酸素はデバイス形成時の熱履歴によって、酸素析出物を形成し、転位や積層欠陥などの結晶欠陥を形成する。しかし、デバイスの製造過程で、フィールド酸化膜のLOCOS (local oxidation of silicon) による形成やウェル拡散層の形成時に、1100℃程度で数時間保持されるため、ウェーハ表面近傍では酸素の外方拡散によって、厚さ数十μm前後の結晶欠陥のない、いわゆるDZ層 (denuded zone) が形成される。このDZ層がデバイス活性領域となるので、結晶欠陥の発生が自然に抑制されていた。

【0004】ところが、半導体デバイスの微細化にともない、ウェル形成に高エネルギーイオン注入が採用され、デバイスプロセスが1000℃以下の低温で行われるようになると、上記酸素外方拡散が十分に起こらず表面近傍でDZ層が十分に形成されなくなる。このためウェーハの低酸素化が行われてきたが、結晶欠陥の発生を完全に抑制することは困難であった。

【0005】このようなことから、結晶欠陥をほぼ完全に含まないエピタキシャル層をウェーハ上に成長させたエピタキシャルウェーハが開発され、高集積化デバイスに多く用いられるようになっていく。しかし、結晶の完全性が高いエピタキシャルウェーハを用いても、その後のデバイス工程におけるエピタキシャル層の金属系不純物汚染によって、デバイス特性が悪化することになる。

【0006】このような金属系元素の不純物による汚染は、集積が高密度化するほどプロセスも複雑になって、その機会が増加し影響も大きくなっていく。汚染の排除は基本的にはプロセス環境および使用材料のクリーン化にあるが、デバイスプロセスにおいて完全になくすことは困難であり、その対処手段としてゲッタリング技術が必要になる。これは、汚染により侵入してきた不純物元素をデバイス活性領域外の場所（シンク）に捕獲し、無害化する手段である。

【0007】ゲッタリング技術としては、デバイスプロセスの熱処理中に自然に誘起される酸素起因の酸素析出物を利用して不純物元素を捕獲する、イントリンシックゲッタリング (intrinsic gettering、以下、単に「IG」とする) と呼ばれるものがある。しかし、エピタキシャル工程で1050℃～1200℃の高温度熱処理がウェーハに施されると、シリコン単結晶から切り出されたウェーハに内蔵する酸素析出物が縮小、消滅し、その後のデバイスプロセスにおいて、ウェーハ内にゲッタリング源とな

(3)

特開2002-12499

3

る酸素析出物を十分に誘起することが困難になる。このため、このゲッタリング技術を適用しても、プロセス全体にわたって金属不純物に対して充分なIG効果を望めないという問題が生じる。

【0008】従来から、このような問題を解決するため、CZ法によって単結晶を育成する際に窒素をドーピングし、エピタキシャル工程で施される高温熱処理によっても消失し難い酸素析出物をウェーハ内部に形成するシリコン単結晶の製造方法が提案されている（例えば、特開平11-189493号公報および特開2000-44389号公報等参照）。

【0009】提案された製造方法によれば、CZ法によって窒素をドーピングして育成することによって、結晶中の酸素析出物の熱的な安定性を増加させ、エピタキシャル工程によっても酸素析出物が縮小、消滅しないシリコン単結晶が得られる。そして、この単結晶から切り出されたウェーハであれば、エピタキシャル工程後に残存した酸素析出物は、デバイス工程の初期段階から酸素析出物を形成してゲッタリングのシンクとして有効に作用するため、IG効果が期待できるとしている。

【0010】しかしながら、その後の研究結果によれば、ウェーハに窒素を高濃度にドーピングさせた場合、上記の高温熱処理でも消失しない熱的に安定した酸素析出物が得られるが、この酸素析出物がエピタキシャル欠陥を誘起し易いことが明らかになる。換言すれば、高濃度で窒素をドーピングすると、安定した酸素析出物がウェーハ表面近傍に形成されるが、デバイス活性領域であるエピタキシャル層に積層欠陥や転位等の欠陥、すなわち、エピタキシャル欠陥を誘起することになり、これらはデバイススリーク電流の増大や、酸化膜厚の劣化等を引き起こすことになる。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来の窒素ドーピングにともなうエピタキシャル欠陥に関する問題に鑑みてなされたものであり、窒素をドーピングして引上げられたシリコン単結晶から切り出して製造されるウェーハであるが、熱的に安定な酸素析出物の成長を抑制して、エピタキシャル欠陥の発生が少ないエピタキシャルウェーハ、およびこのウェーハの素材となるシリコン単結晶の引上げ方法を提供することを目的としている。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、窒素をドーピングした単結晶中に熱的に安定化した酸素析出物が形成される温度領域を特定するため、シリコン原料の融液中に $1 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>3</sup>の窒素をドーピングし、直径8"のシリコン単結晶として結晶Aおよび結晶Bを用いて、引上げ途中過程での引上げ速度変更実験を実施した。

【0013】具体的な実験条件は、初期の引上げ速度を0.7mm/minとして直胴部を成長させ、長さ500mmまで成長させた時点で、結晶Aは引上げ速度を0.2mm/minに減

4

速して引上げ、一方、結晶Bは引上げ速度を1.2mm/minに増速して引上げた。次に、直胴部の長さを550mmまで成長させたところで、再び、引上げ速度を0.7mm/minに戻して、そのまま850mmまで成長させた後、テール絞りを行って引上を終了した。

【0014】このようにして成長された単結晶は、引上げ速度の変更にとともなう、その熱履歴が変化する。例えば、引上げ速度を減速した結晶Aの場合には、減速開始時の温度から低温度側へ100℃前後の温度領域で徐冷されるのに対し、引上げ速度を増速した結晶Bの場合には、増速開始時の温度から低温度側へ100℃前後の温度領域で急冷されることになる。

【0015】上記の引上げ速度変更実験で引上げ後に、単結晶のうち1400℃（窒素濃度 $2.3 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>3</sup>）～800℃（窒素濃度 $1.6 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>3</sup>）の温度領域で冷却された部位からサンプルを切り出して欠陥密度の測定を行った。まず、引上げ方向に縦割りに加工して、Grown-in欠陥である空洞欠陥の発生密度を測定した。このときの空洞欠陥の検出には、バイオラッド社製の欠陥検出装置OPP（Optical Precipitate Profiler）を用いてその密度を評価した。次に、高温熱処理として1200℃×4hrの処理を行い、選択エッチング（Wright Etching）を2μm行った後、光学顕微鏡で熱処理後に誘起する欠陥密度（酸素析出物密度）を測定した。

【0016】図1は、引上げ速度変更実験によるOPP欠陥密度（Grown-in欠陥密度）と引上げ速度変更開始時の温度との関係を示す図である。図1に示す関係によれば、Grown-in欠陥は、結晶Aでは1150℃～1050℃の温度領域で欠陥密度が増加しているのに対し、結晶Bでは同じ温度領域で逆に減少している。

【0017】図1に示す現象は、この温度領域でGrown-in欠陥の形成が行われていることを示している。すなわち、結晶Aでは徐冷によってGrown-in欠陥のサイズが大きくなって、より多くの欠陥が検出されたのに対し、結晶Bでは急冷によってGrown-in欠陥があまり成長していないことから、低い欠陥密度として測定された。

【0018】図2は、引上げ速度変更実験による熱処理後に誘起する欠陥密度と引上げ速度変更開始時の温度との関係を示す図である。図2の結果では、結晶Aでは1150℃～1050℃の温度領域で欠陥密度が減少し、1050℃～950℃の領域で欠陥密度が増加している。これに対し、結晶Bでは1150℃～1050℃の温度領域で欠陥密度が増加し、1050℃～950℃の温度領域で欠陥密度が減少している。

【0019】図2に示す2つの温度領域での現象について、まず1150℃～1050℃の温度領域は、前述の通り、Grown-in欠陥が形成する温度領域であり、結晶Aでは徐冷されたため、Grown-in欠陥の形成に空孔が十分消費され、その後の酸素析出物の成長が抑制されたことを示す。一方、同じ1150℃～1050℃の温度領域で、結晶Bで

(4)

特開2002-12499

5

は急冷されたため、Grown-in欠陥の形成が充分に行われず、多くの空孔が残留しているため、その後の酸素析出核の成長が促進されたことを示す。次に、1050～950℃の温度領域は、熱的に安定な酸素析出核が成長する温度領域であり、結晶Aでは徐冷によって酸素析出核が十分に成長されているのに対し、結晶Bでは急冷されたことによって、酸素析出核が成長されなかったことを示す。

【0020】前述の通り、シリコン単結晶に窒素をドーピングさせた場合、エピタキシャル工程での高温熱処理でも消失しないような、熱的に安定な酸素析出核がエピタキシャル欠陥を誘起する要因となる。一方、上記図1および図2の結果から、窒素ドーピングによって熱的に安定な酸素析出核が成長する温度領域は1050～950℃であること、およびGrown-in欠陥が形成される1150～1050℃の温度領域での冷却過程が酸素析出核の成長に影響を与えることが明らかになる。

【0021】言い換えると、単結晶の引上げ時に、これらの温度領域での熱履歴を制御することによって、単結晶中に形成される熱的に安定な酸素析出核の成長を抑制することができ、これによりエピタキシャル欠陥を少なくすることができる。

【0022】本発明は、上述したCZ法による引上げ速度変更実験の解析結果から導かれた知見に基づいて完成されたものであり、下記(1)～(3)の単結晶の引上げ方法、および(4)のエピタキシャルウェーハを要旨としている。

(1) 窒素がドーピングされたシリコン原料融液から単結晶を成長させながら引上げる方法であって、前記単結晶の引上げ過程で1150～1050℃の温度領域の通過時間を50分以上とすることを特徴とする単結晶の引上げ方法である。

(2) 窒素がドーピングされたシリコン原料融液から単結晶を成長させながら引上げる方法であって、前記単結晶の引上げ過程で1050～950℃の温度領域の通過時間を40分以下とすることを特徴とする単結晶の引上げ方法である。

(3) 窒素がドーピングされたシリコン原料融液から単結晶を成長させながら引上げる方法であって、前記単結晶の引上げ過程で1150～1050℃の温度領域の通過時間を50分以上とし、次に1050～950℃の温度領域の通過時間を40分以下とすることを特徴とする単結晶の引上げ方法である。

(4) 上記(1)～(3)のいずれかに記載の方法によって引上げられた単結晶から切り出されたシリコンウェーハの表面上に、エピタキシャル層を成長させることを特徴とするエピタキシャルウェーハである。

【0023】

【発明の実施の形態】窒素をドーピングした結晶中でエピタキシャル欠陥を誘起するのは、熱的に安定化し、成長した酸素析出核である。また、単結晶中で熱的に安定化した酸素析出核の成長は、酸素析出の温度領域である1050～950℃の領域、およびGrown-in欠陥の形成温度領域である1

6

150～1050℃の領域で冷却プロセスを制限することによってコントロールすることができる。すなわち、単結晶の引上げ過程でこれら2つの温度領域での熱履歴を制御することによって、熱的に安定な酸素析出核の成長を抑制し、エピタキシャル欠陥の発生を少なくすることができる。

【0024】したがって、本発明の単結晶の引上げ方法では、引上げ過程で1150～1050℃の温度領域で徐冷すること、または/および1050～950℃の温度領域で急冷することとを特徴としている。言うまでもなく、1150～1050℃の温度領域での徐冷と1050～950℃の温度領域での急冷とを組み合わせることによって、単結晶中での熱的に安定な酸素析出核の成長を確実に抑制することができる。

【0025】まず、Grown-in欠陥の形成領域である、1150～1050℃の温度領域での徐冷条件は、この温度領域の通過時間を50分以上とする。これにより、冷却速度が2.0℃/分以下に相当する徐冷条件が確保できる。該当する温度領域での通過時間を50分以上と規定しているのは、後述する実施例の図4に示すように、引上げ速度変更試験によって確認された徐冷効果に基づくものである。

【0026】繰り返しになるが、本発明では、1150～1050℃の温度領域での通過時間を50分以上で徐冷することによって、Grown-in欠陥の形成が促されるとともに、空孔が十分に消費されるので、その後の熱的に安定な酸素析出核の成長が抑制でき、エピタキシャル欠陥の発生を少なくすることができる。

【0027】次に、酸素析出核の成長が促進される1050～950℃の温度領域での急冷条件は、この温度領域の通過時間を40分以下とする。これにより、冷却速度が2.5℃/分以上に相当する急冷条件が確保できる。該当する温度領域での通過時間を40分以下と規定しているのは、後述する実施例の図3に示すように、引上げ速度変更試験によって確認された急冷効果に基づくものである。

【0028】本発明では、熱的に安定な酸素析出核が成長する温度領域の通過時間を40分以下で急冷することによって、酸素析出核の成長を抑制して、エピタキシャル欠陥の発生を防ぐこととしている。

【0029】単結晶中での酸素析出核の成長には、含有される窒素濃度および酸素濃度が影響することになる。本発明者らの検討によれば、単結晶中の窒素濃度が高くなりすぎると、エピタキシャル欠陥の発生を防止することができず、逆に窒素濃度が低くなりすぎると、十分なIG効果が得られない。このため、単結晶中の窒素濃度は、 $1.0 \times 10^{12} \sim 1.0 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^2$ の範囲にするのが望ましい。

【0030】前述の通り、CZ法によって引上げられた単結晶には、過飽和な酸素が含まれている。単結晶中の酸素濃度が高くなりすぎると、エピタキシャル欠陥を抑制することが困難になるので、 $12 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$  (AS

特開2002-12499

(5)

8

TM79)以下にするのが望ましい。

【0031】本発明で製造されるエピタキシャルウェーハは、CZ法による引上げで窒素ドーパされ、熱履歴が制御されたシリコン単結晶をスライスし、表面を研磨、洗浄後にエピタキシャル層が形成される。エピタキシャル層を成長させる際には、上述の単結晶を切り出したウェーハ表面に、気相成長法の熱分解法など、結晶欠陥のないエピタキシャル層の形成方法であればどんな方法でも適用することができる。

【0032】

【実施例】本発明の効果を、下記の具体的な実施例1～3に基づいて説明する。

(実施例1)前記図6に示す製造装置を用いて、シリコン原料の融液中に $1 \times 10^{14}$ atoms/cm<sup>3</sup>の窒素をドーパし、直径6"のシリコン単結晶6本の引上げ過程で、引上げ速度変更実験を実施した。具体的な条件は、当初の引上げ速度を0.7mm/minとして直胴部を成長させ、直胴部の長さが500mmになった時点で、引上げ速度を各単結晶毎に0.7mm/min(変更無し)、1.0mm/min、1.2mm/min、1.5mm/min、1.7mm/min、および2.0mm/minに変更して引上げた。その後、直胴部の長さが550mmになると、再び、引上げ速度を0.7mm/minとして、長さを850mmまで成長させた後、テール絞りを行って単結晶の引上げを終了した。

【0033】上記の各単結晶のうち1050～950℃の温度領域で急冷された部位(窒素濃度 $1.8 \times 10^{14}$ atoms/cm<sup>3</sup>)を採取し、この部位から切り出したシリコンウェーハにエピタキシャル層を4μm形成した後、サーフスキャン(表面欠陥検査装置)を用いて、エピタキシャル欠陥の検査を行った。

【0034】図3は、実施例1による1050～950℃の温度領域での通過時間とエピタキシャル欠陥密度との関係を示す図である。1050～950℃の温度領域での通過時間が40分以下(変更後の引上げ速度で1.2mm/minに相当)の急冷になると、融液析出核の成長が抑制され、エピタキシャル欠陥の密度は2個/cm<sup>2</sup>以下と減少しているのが分かる。

(実施例2)前記図6に示す製造装置を用いて、シリコン原料の融液中に $1 \times 10^{14}$ atoms/cm<sup>3</sup>の窒素をドーパし、直径6"のシリコン単結晶4本の引上げ過程で、引上げ速度変更実験を実施した。実験条件は、当初の引上げ速度を0.7mm/minとして直胴部を成長させ、直胴部の長さが500mmになった時点で、引上げ速度を各単結晶毎に0.7mm/min(変更無し)、0.6mm/min、0.4mm/min、および0.2mm/minに変更して引上げた。その後、直胴部の長さが550mmになると、再び、引上げ速度を0.7mm/minとして、長さを850mmまで成長させた後、テール絞りを行って単結晶の引上げを終了した。

【0035】引上げられた単結晶のうち1150～1050℃の温度領域で徐冷された部位(窒素濃度 $1.9 \times 10^{14}$ atoms/

cm<sup>3</sup>)を採取し、この部位から切り出したシリコンウェーハにエピタキシャル層を4μm形成した後、サーフスキャン(表面欠陥検査装置)を用いてエピタキシャル欠陥の検査を行った。

【0036】図4は、実施例2による1150～1050℃の温度領域での通過時間とエピタキシャル欠陥密度との関係を示す図である。1150～1050℃の温度領域での通過時間が50分以上(変更後の引上げ速度で0.6mm/minに相当)の徐冷になると、エピタキシャル欠陥密度は5個/cm<sup>2</sup>

10 以下と減少しているのが分かる。

(実施例3)実施例3では、Grown-in欠陥が形成される温度領域および融液析出核が成長する温度領域での冷却条件を満足するように、ホットゾーンを最適化した単結晶製造装置を用いて実験を実施した。

【0037】図7は製造装置の構成を比較する縦断面図であり、図7(a)は従来の装置の縦断面図(左半部)とこれによって引上げられる単結晶の熱履歴を示しており、図7(b)はホットゾーンを最適化した製造装置の縦断面図(左半部)とこれによって引上げられる単結晶の熱履歴を示している。

20 【0038】本実施例では、図7(b)に示すように、ホットゾーンの最適化に際して、熱シールド材7の一部をカットし、ヒーター側からの熱輻射を単結晶に当てることで、1150～1050℃の温度領域の保持時間を長くし、またその上部の断熱材7aを設けることによって、ヒーターからの熱輻射を低減して、1050～950℃の温度領域の保持時間を短くしている。

30 【0039】上記の図7(b)に示す製造装置を用いて、シリコン原料の融液中に $1 \times 10^{14}$ atoms/cm<sup>3</sup>の窒素をドーパし、直径6"のシリコン単結晶を引上げ速度が1.0mm/minで、直胴部の長さ850mmまで成長させて、引上げを終了した。

【0040】引上げられた単結晶のうち直胴部200mm(窒素濃度 $1.5 \times 10^{14}$ atoms/cm<sup>3</sup>)～600mm(窒素濃度 $2.8 \times 10^{14}$ atoms/cm<sup>3</sup>)の部位を採取し、この部位から切り出したシリコンウェーハにエピタキシャル層を4μm形成した後、サーフスキャン(表面欠陥検査装置)を用いて、エピタキシャル欠陥の検査を行った。

40 【0041】図5は、ホットゾーンの最適化前の製造装置(図7(a))とホットゾーンの最適化後の製造装置(図7(b))とで成長させた単結晶のエピタキシャル欠陥密度の比較を示す図である。ホットゾーンの最適化前の製造装置で引上げられた単結晶は、結晶長さ200mm～600mmの範囲において、いずれもエピタキシャル欠陥密度は6個/cm<sup>2</sup>以上と高い値であったが、ホットゾーンを最適化後の製造装置で引上げることによって、エピタキシャル欠陥密度が殆ど検出されない程度まで減少しているのが分かる。

【0042】

50 【発明の効果】本発明の単結晶の引上げ方法によれば、

窒素をドープして製造されたシリコン単結晶から作製されたウェーハであっても、エピタキシャル欠陥の要因となる、熱的に不安定な酸素析出核の成長を抑制できる。これにより、このシリコン単結晶から切り出したウェーハを用いると、エピタキシャル欠陥が少ない高品質のエピタキシャルウェーハを製造することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 引上げ速度変更実験によるOPP欠陥密度 ( $\text{Gr}_{\text{opp-in}}$ 欠陥密度) と引上げ速度変更開始時の温度との関係を示す図である。

【図2】 引上げ速度変更実験による熱処理後に誘起する欠陥密度と引上げ速度変更開始時の温度との関係を示す図である。

【図3】 実施例1による1050~950℃の温度領域での通過時間とエピタキシャル欠陥密度との関係を示す図である。

【図4】 実施例2による1150~1050℃の温度領域での通

(6)

特開2002-12499

10

過時間とエピタキシャル欠陥密度との関係を示す図である。

【図5】 ホットゾーンの最適化前の製造装置とホットゾーンの最適化後の製造装置とで成長させた単結晶のエピタキシャル欠陥密度の比較を示す図である。

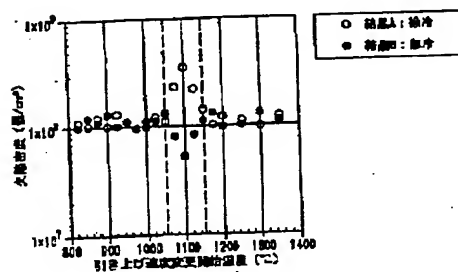
【図6】 CZ法を用いた製造装置の概略構成を説明する縦断面図である。

【図7】 従来の装置の縦断面図 (左半部) とホットゾーンを最適化した製造装置の縦断面図 (左半部) とを比較した図である。

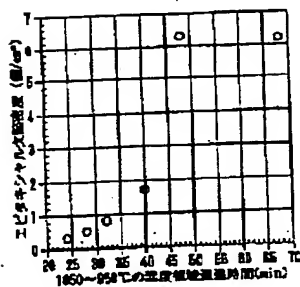
#### 【符号の説明】

- 1: 坩堝、 1a: 石英製容器
- 1b: 黒鉛製容器、 2: 加熱ヒーター
- 3: 融液、 4: 引上げ軸
- 5: 種結晶、 6: 単結晶
- 7: 熱シールド材、 7a: 断熱材

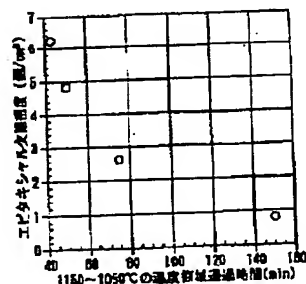
【図1】



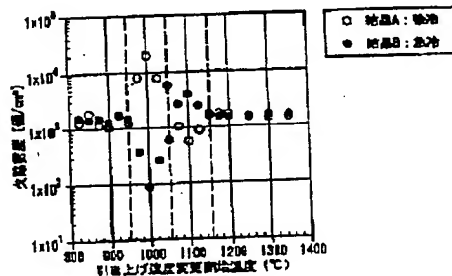
【図3】



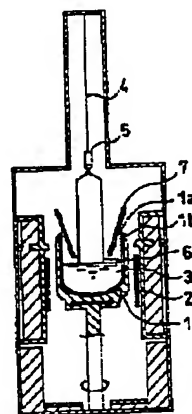
【図4】



【図2】



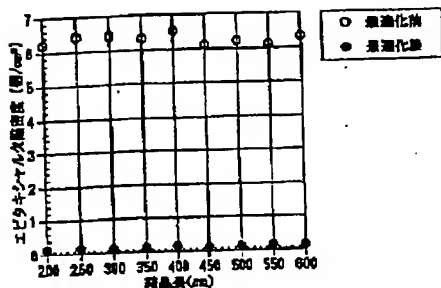
【図6】



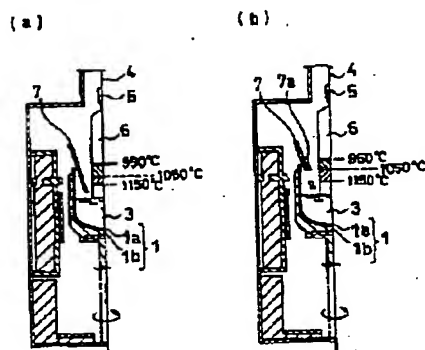
特開2002-12499

(7)

【図5】



【図7】



フロントページの続き

(51)Int. Cl.<sup>7</sup>  
H01L 21/208

識別記号

F I  
H O I L 21/208

キーワード(参考)

P

(72)発明者 浅山 英一  
佐賀県杵島郡江北町上小田2201 住友金属  
工業株式会社シチックス事業本部内

Fターム(参考) 4G077 AA02 AA03 BA04 CF10 DA01  
DB01 EB01 EC10 ED06 EH09  
GA01 HA12 PF35 TK02  
5F053 AA13 BB04 DD01 FF04 GG01  
HH04 PP08 PP12 RR03



**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 2002-012499

(43)Date of publication of application : 15.01.2002

(51)Int.Cl.

C30B 29/06  
C30B 15/04  
C30B 23/02  
C30B 25/18  
H01L 21/208

(21)Application number : 2000-190766

(22)Date of filing : 26.06.2000

(71)Applicant : SUMITOMO METAL IND LTD

(72)Inventor : TANAKA TADAMI  
ONO TOSHIKI  
ASAYAMA HIDEKAZU**(54) SINGLE CRYSTAL PULLING-UP METHOD AND EPITAXIAL WAFER PRODUCED BY THE METHOD****(57)Abstract:****PROBLEM TO BE SOLVED:** To produce a high quality epitaxial wafer reduced in epitaxial flaw density.**SOLUTION:** This single crystal pulling-up method is characterized in that the time required for passing the temperature region of 1,150-1,050°C is regulated to more than 50 min and/or that of 1,050-950°C is regulated to less than 40 min in a process for pulling up the single crystal while growing from a nitrogen- doped silicon raw material melted liquid. The epitaxial wafer is produced by growing an epitaxial layer on the surface of the silicon wafer which is cut out from the single crystal pulled up by the above method.**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**\* NOTICES \***

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1] An approach to pull up the single crystal characterized by being the approach of pulling up from the silicon raw material melt by which nitrogen was doped while growing up a single crystal, and making pass time in a 1150-1050-degree C temperature field into 50 minutes or more in the pull-up process of said single crystal.

[Claim 2] An approach to pull up the single crystal characterized by being the approach of pulling up from the silicon raw material melt by which nitrogen was doped while growing up a single crystal, and making pass time in the temperature field of 1050 to 950 degree C into 40 or less minutes in the pull-up process of said single crystal.

[Claim 3] An approach to pull up the single crystal characterized by being the approach of pulling up from the silicon raw material melt by which nitrogen was doped while growing up a single crystal, making pass time in a 1150-1050-degree C temperature field into 50 minutes or more in the pull-up process of said single crystal, and then making pass time in the temperature field of 1050 to 950 degree C into 40 or less minutes.

[Claim 4] The epitaxial wafer characterized by growing up an epitaxial layer on the front face of the silicon wafer cut down from the single crystal which was able to be pulled up by the approach according to claim 1 to 3.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the epitaxial wafer manufactured from the approach to pull up the silicon single crystal for semiconductor devices, and the silicon single crystal which was able to be pulled up by the approach. In case an epitaxial layer is grown up into the wafer cut down in more detail from the single crystal by which the nitrogen dope was carried out, it is related with the approach that generating of defects (henceforth an "epitaxial defect"), such as a stacking fault generated in an epitaxial layer and a rearrangement, serves as few quality epitaxial wafer and its material to pull up a single crystal.

[0002]

[Description of the Prior Art] From the former, the silicon single crystal used as an object for semiconductor devices is manufactured by the Czochralski method (henceforth a "CZ process"). Although drawing 6 is drawing of longitudinal section explaining the outline configuration of the manufacturing installation which used the CZ process, crucible 1 is arranged in the center position of that equipment, and it consists of container 1 made from graphite b by which fitting was carried out to container 1 made from quartz a, and this outside. The heating heater 2 is arranged in the periphery of crucible 1, and the melt 3 of the silicon raw material by which melting was carried out at this heating heater is held in crucible 1. The pull-up shaft 4 equips with seed crystal 5 above crucible 1, and is installed in it, and it pulls up, growing up a single crystal 6 from the lower limit of seed crystal 5. And the single crystal 6 which grows is surrounded and the heat-shield material 7 is arranged. In recent years, the accumulation densification of a silicon semiconductor device is progressing quickly, and the demand about the quality of the silicon wafer which forms a device is severe. For example, in the so-called "device active region" in which a device is formed on a wafer, since crystal defect metallurgy group system impurities, such as a rearrangement, become increase of leakage current, and the life time fall cause of a carrier, the circuit formed by high integration follows them on becoming detailed, and they are restricted still more severely.

[0003] About three 10<sup>18</sup> atoms/cm oxygen [ \*\*\*\*\* ] is usually contained in the wafer cut down from the silicon single crystal manufactured by the above-mentioned CZ process. By the heat history at the time of device formation, this oxygen forms an oxygen sludge and forms crystal defects, such as a rearrangement and a stacking fault. however, formation according to LOCOS (local oxidation of silicon) of field oxide at the manufacture process of a device and a well -- since it is held at about 1100 degrees C for several hours at the time of formation of a diffusion layer, near the wafer front face, the so-called DZ layer (denuded zone) without the crystal defect around number 10 micrometers of thickness is formed of the out-diffusion of oxygen. Since this DZ layer became a device active region, generating of a crystal defect was controlled automatically.

[0004] however, detailed-izing of a semiconductor device -- following -- a well -- if high energy ion injection is adopted as formation and a device process comes to be performed at low temperature 1000 degrees C or less, the above-mentioned oxygen out-diffusion will not fully happen, but DZ layer will no

longer be formed fully near the front face. For this reason, although hypoxia-ization of a wafer had been performed, it was difficult to control generating of a crystal defect completely.

[0005] Since it is such, the epitaxial wafer which grew up the epitaxial layer which does not include a crystal defect nearly completely on the wafer is developed, and it is mostly used to a high integration device. However, even if it uses an epitaxial wafer with the high integrity of a crystal, a device property will get worse by metal impurity contamination of the epitaxial layer in a subsequent device process.

[0006] A process also becomes complicated, the opportunity increases it and effect also becomes large, so that accumulation carries out densification of the contamination by the impurity of such a metal system element. Although clean-ization of a process environment and the material of construction has exclusion of contamination fundamentally, it is difficult to lose completely in a device process, and a gettering technique is needed as the management means. This is a means to capture and defang the impurity element which has invaded by contamination in the location outside a device active region (sink).

[0007] As a gettering technique, there is a thing which captures an impurity element using the oxygen sludge of the oxygen reason by which induction is automatically carried out during heat treatment of a device process and which is called in thorin chic gettering (only referred to as "IG" intrinsic gettering and the following). However, if 1050 degrees C - 1200 degrees C elevated-temperature heat treatment is performed to a wafer at an epitaxial process, it will become difficult to fully carry out induction of the oxygen sludge with which the precipitation-of-oxygen nucleus which is inherent in the wafer cut down from the silicon single crystal contracts and disappears, and serves as a source of gettering in a wafer in a subsequent device process. For this reason, even if it applies this gettering technique, the problem that sufficient IG effectiveness cannot be desired to a metal impurity covering the whole process arises.

[0008] In order to solve such a problem from the former, in case a single crystal is raised by the CZ process, nitrogen is doped, and the manufacture approach of the silicon single crystal which forms in the interior of a wafer the precipitation-of-oxygen nucleus which cannot disappear easily due to elevated-temperature heat treatment performed at an epitaxial process is proposed (for example, reference, such as JP,11-189493,A and JP,2000-44389,A).

[0009] According to the proposed manufacture approach, by doping and raising nitrogen by the CZ process, the thermal stability of the precipitation-of-oxygen nucleus under crystal is made to increase, and the silicon single crystal to which a precipitation-of-oxygen nucleus does not contract and disappear according to an epitaxial process, either is obtained. And if it is the wafer cut down from this single crystal, the precipitation-of-oxygen nucleus which remained after the epitaxial process supposes that the IG effectiveness is expectable, in order to form an oxygen sludge and to act effectively as a sink of gettering from the initial stage of a device process.

[0010] However, according to the subsequent research result, when a wafer is made to dope nitrogen to high concentration, the precipitation-of-oxygen nucleus in which the above-mentioned elevated-temperature heat treatment does not disappear, either and which was stabilized thermally is obtained, but it becomes clear that this precipitation-of-oxygen nucleus tends to carry out induction of the epitaxial defect. Although the stable precipitation-of-oxygen nucleus will be formed near the wafer front face if it puts in another way, and nitrogen is doped by high concentration, induction of defects, i.e., the epitaxial defect, such as a stacking fault and a rearrangement, will be carried out to the epitaxial layer which is a device active region, and these will cause increase of device leakage current, degradation of oxide-film pressure-proofing, etc.

[0011]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Although this invention is a wafer cut down and manufactured from the silicon single crystal which was made in view of the problem about the epitaxial defect accompanying the conventional nitrogen dope, and was able to dope and pull up nitrogen, it controls growth of a stable precipitation-of-oxygen nucleus thermally, and aims at offering the approach that generating of an epitaxial defect serves as few epitaxial wafers and a material of this wafer pulling up a silicon single crystal.

[0012]

[Means for Solving the Problem] Since this invention persons pinpointed the temperature field where the precipitation-of-oxygen nucleus stabilized thermally is formed into the single crystal which doped nitrogen, they doped the nitrogen of  $1 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>3</sup> in the melt of a silicon raw material, and conducted the pull-up rate modification experiment in a process in the middle of the pull-up, using Crystal A and Crystal B as a silicon single crystal of diameter 6."

[0013] When concrete experiment conditions grew up the body section and grew up the early pull-up rate to die length of 500mm as 0.7 mm/min, Crystal A slowed down and pulled up the pull-up rate to 0.2 mm/min, and, on the other hand, Crystal B accelerated and pulled up the pull-up rate to 1.2 mm/min. Next, the tail diaphragm was performed and raising was ended, after returning the pull-up rate to 0.7 mm/min and making it grow up to 850mm as it is again in the place into which the die length of the body section was grown up to 550mm.

[0014] Thus, as for the grown-up single crystal, the heat history changes with modification of a pull-up rate. For example, the case of the crystal B which accelerated the pull-up rate from the temperature at the time of moderation initiation to being slowly cooled in the temperature field around 100 degrees C to the low temperature side in the crystal A which slowed down the pull-up rate will quench in the temperature field around 100 degrees C from the temperature at the time of accelerating initiation to a low temperature side.

[0015] In the above-mentioned pull-up rate modification experiment, after the pull-up, the sample was started from the part cooled among single crystals in the 1400 degrees C (nitrogen concentration  $2.3 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>3</sup>) - 800 degrees C (nitrogen concentration  $1.6 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>3</sup>) temperature field, and defect density was measured. First, vertical division processing was carried out in the pull-up direction, and the generating consistency of the cavernous defect which is a Grown-in defect was measured. In detection of the cavernous defect at this time, that consistency was evaluated using Bio-Rad defective detection equipment OPP (Optical Precipitate Profiler). Next, after processing 1200 degree-Cx4hr as elevated-temperature heat treatment and performing 2 micrometers (Wright Etching) of selective etching, the defect density (oxygen sludge consistency) which carries out induction after heat treatment with an optical microscope was measured.

[0016] Drawing 1 is drawing in which pulling up with the OPP defect density (Grown-in defect density) by pull-up rate modification experiment, and showing relation with the temperature at the time of rate modification initiation. According to the relation shown in drawing 1, the Grown-in defect is decreasing conversely in the same temperature field as Crystal B to defect density increasing in the 1150 degrees C - 1050 degrees C temperature field by Crystal A.

[0017] The phenomenon shown in drawing 1 shows that formation of a Grown-in defect is performed in this temperature field. That is, as Crystal A, the size of a Grown-in defect became large by annealing, and it was measured from the Grown-in defect seldom growing by quenching as low defect density by Crystal B to more defects having been detected.

[0018] Drawing 2 is drawing in which pulling up with the defect density which carries out induction, and showing relation with the temperature at the time of rate modification initiation after heat treatment by pull-up rate modification experiment. By the result of drawing 2, by Crystal A, defect density decreases in a 1150 degrees C - 1050 degrees C temperature field, and defect density is increasing in the field which is 1050 degrees C - 950 degrees C. On the other hand, in Crystal B, defect density increases in a 1150 degrees C - 1050 degrees C temperature field, and defect density is decreasing in the temperature field which is 1050 degrees C - 950 degrees C.

[0019] It is shown that the hole was enough consumed by formation of a Grown-in defect, and growth of a subsequent precipitation-of-oxygen nucleus was first controlled about the phenomenon in two temperature fields shown in drawing 2 since a 1150 degrees C - 1050 degrees C temperature field is a temperature field which a Grown-in defect forms and was annealed as Crystal A as above-mentioned. On the other hand, since it quenched as Crystal B, and formation of a Grown-in defect was not fully performed but many holes remain in the 1150 degrees C - 1050 degrees C same temperature field, it is shown that growth of a subsequent precipitation-of-oxygen nucleus was promoted. Next, a 1050-950-degree C temperature field is a temperature field where a stable precipitation-of-oxygen nucleus grows

thermally, and as Crystal A, when annealing quenched the precipitation-of-oxygen nucleus as Crystal B to fully growing up, it shows that a precipitation-of-oxygen nucleus did not grow.

[0020] When a silicon single crystal is made to dope nitrogen as above-mentioned, a stable precipitation-of-oxygen nucleus becomes the factor whose elevated-temperature heat treatment at an epitaxial process does not disappear, either and which carries out induction of the epitaxial defect thermally. On the other hand, it becomes clear that the temperature field where a stable precipitation-of-oxygen nucleus grows thermally by the nitrogen dope from the result of above-mentioned drawing 1 and drawing 2 is 1050-950 degrees C, and that the cooling process in the temperature field which is 1150-1050 degrees C in which a Grown-in defect is formed affects growth of a precipitation-of-oxygen nucleus.

[0021] in other words, it is formed into a single crystal by controlling the heat history in these temperature fields at the time of a pull-up of a single crystal -- growth of a stable precipitation-of-oxygen nucleus can be controlled thermally, and, thereby, an epitaxial defect can be lessened.

[0022] It is completed based on the knowledge drawn from the analysis result of the pull-up rate modification experiment by the CZ process mentioned above, and this invention makes the summary the approach to pull up the single crystal of following the (1) - (3), and the epitaxial wafer of (4).

(1) It is the approach of pulling up from the silicon raw material melt by which nitrogen was doped, while growing up a single crystal, and is an approach to pull up the single crystal characterized by making pass time of a 1150-1050-degree C temperature field into 50 minutes or more in the pull-up process of said single crystal.

(2) It is the approach of pulling up from the silicon raw material melt by which nitrogen was doped, while growing up a single crystal, and is an approach to pull up the single crystal characterized by making pass time of the temperature field of 1050 to 950 degree C into 40 or less minutes in the pull-up process of said single crystal.

(3) It is the approach of pulling up from the silicon raw material melt by which nitrogen was doped, while growing up a single crystal, and is an approach to pull up the single crystal characterized by making pass time of a 1150-1050-degree C temperature field into 50 minutes or more in the pull-up process of said single crystal, and then making pass time of the temperature field of 1050 to 950 degree C into 40 or less minutes.

(4) The above (1) It is the epitaxial wafer characterized by growing up an epitaxial layer on the front face of the silicon wafer cut down from the single crystal which was able to be pulled up by the approach of a publication to either of - (3).

[0023]

[Embodiment of the Invention] It is thermally stable to carry out induction of the epitaxial defect in the crystal which doped nitrogen, and it is the grown-up precipitation-of-oxygen nucleus. Moreover, growth of the precipitation-of-oxygen nucleus thermally stabilized in the single crystal is controllable by restricting a cooling process in the 1150-1050-degree C field which are the 1050-950-degree C field which is a temperature region of precipitation of oxygen, and a formation temperature region of a Grown-in defect. That is, by controlling the heat history in these two temperature fields by the pull-up process of a single crystal, growth of a stable precipitation-of-oxygen nucleus can be controlled thermally, and generating of an epitaxial defect can be lessened.

[0024] Therefore, by the approach to pull up the single crystal of this invention, it is characterized by to cool slowly in a 1150-1050-degree C temperature field by the pull-up process, or/and quenching in a 1050-950-degree C temperature field. Needless to say, the growth in single crystal which is a stable precipitation-of-oxygen nucleus thermally can be certainly controlled by combining annealing in a 1150-1050-degree C temperature field, and quenching in a 1050-950-degree C temperature field.

[0025] First, the annealing conditions in the 1150-1050-degree C temperature field 50 minutes or more. Thereby, the region of a Grown-in defect make pass time of this temperature field 50 minutes or more. Thereby, the annealing conditions on which a cooling rate is equivalent to below by 2.0-degree-C/are securable. Having specified the pass time in the corresponding temperature field as 50 minutes or more is based on the annealing effectiveness checked by pull-up rate modification trial, as shown in drawing 4 of the

example mentioned later.

[0026] By this invention, although it becomes a repeat, since a hole is enough consumed while being urged to formation of a Grown-in defect by annealing the pass time in a 1150-1050-degree C temperature field in 50 minutes or more, growth of a stable precipitation-of-oxygen nucleus can be controlled thermally [ after that ], and generating of an epitaxial defect can be lessened.

[0027] Next, the quenching conditions in the temperature field which is 1050-950 degrees C by which growth of a precipitation-of-oxygen nucleus is promoted make pass time of this temperature field 40 or less minutes. Thereby, the quenching conditions on which a cooling rate corresponds above by 2.5-degree-C/are securable. Having specified the pass time in the corresponding temperature field as 40 or less minutes is based on the quenching effectiveness checked by pull-up rate modification trial, as shown in drawing 3 of the example mentioned later.

[0028] In this invention, it is supposed that growth of a precipitation-of-oxygen nucleus is controlled and generating of an epitaxial defect will be prevented by quenching the pass time of the temperature field where a stable precipitation-of-oxygen nucleus grows thermally in 40 or less minutes.

[0029] The nitrogen concentration and the oxygen density to contain will influence growth of the precipitation-of-oxygen nucleus in the inside of a single crystal. According to examination of this invention persons, if the nitrogen concentration in a single crystal becomes high too much, generating of an epitaxial defect cannot be prevented, and if nitrogen concentration becomes low too much conversely, sufficient IG effectiveness will not be acquired. For this reason, as for the nitrogen concentration in a single crystal, it is desirable to make it the range of  $1.0 \times 10^{12}$  -  $1.0 \times 10^{15}$  atoms/cm<sup>3</sup>.

[0030] Oxygen [ \*\*\*\*\* ] is contained in the single crystal which was able to be pulled up by the CZ process as above-mentioned. If the oxygen density in a single crystal becomes high too much, since it will become difficult to control an epitaxial defect, it is desirable to carry out to below  $12 \times 10^{17}$  atoms/cm<sup>3</sup> (ASTM'79).

[0031] The nitrogen dope of the epitaxial wafer manufactured by this invention is carried out by the pull-up by the CZ process, the silicon single crystal by which the heat history was controlled is sliced, and an epitaxial layer is formed after polish and washing in a front face. In case an epitaxial layer is grown up, if it is the formation approaches of an epitaxial layer without a crystal defect, such as a thermal decomposition method of vapor growth, it can apply to the wafer front face which cut down the above-mentioned single crystal by any approaches.

[0032]

[Example] The effectiveness of this invention is explained based on the following concrete examples 1-3.

(Example 1) Using the manufacturing installation shown in said drawing 6, the nitrogen of  $1 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>3</sup> was doped in the melt of a silicon raw material, and the pull-up rate modification experiment was conducted in the pull-up process of six silicon single crystals of diameter 6." When the body section was grown up as 0.7 mm/min and the die length of the body section was set to 500mm in the original pull-up rate, concrete conditions changed the pull-up rate into 0.7 mm/min (with no modification), 1.0 mm/min, 1.2 mm/min, 1.5 mm/min, 1.7 mm/min, and 2.0mm/min for every single crystal, and were pulled up. Then, when the die length of the body section was set to 550mm, after growing up die length to 850mm by making a pull-up rate into 0.7 mm/min again, the tail diaphragm was performed and the pull-up of a single crystal was ended.

[0033] The part (nitrogen concentration  $1.8 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>3</sup>) which it quenched in the 1050-950-degree C temperature field among each above-mentioned single crystal was extracted, and after forming 4 micrometers of epitaxial layers in the silicon wafer cut down from this part, the epitaxial defect was inspected using the surfboard scan (surface-discontinuity test equipment).

[0034] Drawing 3 is drawing showing the relation of the pass time in a 1050-950-degree C temperature field and epitaxial defect density by the example 1. When the pass time in a 1050-950-degree C temperature field becomes quenching for 40 or less (equivalent to 1.2 mm/min at the pull-up rate after modification) minutes, growth of a precipitation-of-oxygen nucleus is controlled and it turns out that the consistency of an epitaxial defect is decreasing or less [ 2 //cm ] with two.



(Example 2) Using the manufacturing installation shown in said drawing 6, the nitrogen of  $1 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>3</sup> was doped in the melt of a silicon raw material, and the pull-up rate modification experiment was conducted in the pull-up process of four silicon single crystals of diameter 6". When the body section was grown up as 0.7 mm/min and the die length of the body section was set to 500mm in the original pull-up rate, experiment conditions changed the pull-up rate into 0.7 mm/min (with no modification), 0.6 mm/min, 0.4 mm/min, and 0.2 mm/min for every single crystal, and were pulled up. Then, when the die length of the body section was set to 550mm, after growing up die length to 850mm by making a pull-up rate into 0.7 mm/min again, the tail diaphragm was performed and the pull-up of a single crystal was ended.

[0035] The part (nitrogen concentration  $1.9 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>3</sup>) annealed in the 1150-1050-degree C temperature field among the single crystals which were able to be pulled up was extracted, and after forming 4 micrometers of epitaxial layers in the silicon wafer cut down from this part, the epitaxial defect was inspected using the surfboard scan (surface-discontinuity test equipment).

[0036] Drawing 4 is drawing showing the relation of the pass time in a 1150-1050-degree C temperature field and epitaxial defect density by the example 2. When the pass time in a 1150-1050-degree C temperature field becomes annealing for 50 minutes or more (equivalent to 0.6 mm/min at the pull-up rate after modification), it turns out that epitaxial defect density is decreasing or less [ 5 //cm ] with two.

(Example 3) It experimented using the single crystal manufacturing installation which optimized the hot zone so that it might be satisfied with an example 3 of the cooling conditions in the temperature field in which the temperature field in which a Grown-in defect is formed, and a precipitation-of-oxygen nucleus grow.

[0037] Drawing 7 is drawing of longitudinal section which compares the configuration of a manufacturing installation, drawing 7 (a) shows drawing of longitudinal section (left half part) of conventional equipment, and the heat history of the single crystal which can be pulled up by this, and drawing 7 (b) shows drawing of longitudinal section (left half part) of the manufacturing installation which optimized the hot zone, and the heat history of the single crystal which can be pulled up by this.

[0038] In this example, as shown in drawing 7 (b), by cutting a part of heat-shield material 7, and lengthening the holding time of a 1150-1050-degree C temperature field by applying the thermal radiation from a heater side to a single crystal on the occasion of optimization of a hot zone, and preparing heat insulator 7a of the upper part, the thermal radiation from a heater is reduced and the holding time of a 1050-950-degree C temperature field is shortened.

[0039] Using the manufacturing installation shown in above-mentioned drawing 7 (b), the nitrogen of  $1 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>3</sup> was doped in the melt of a silicon raw material, the silicon single crystal of diameter 6" was pulled up, and by 1.0mm/min, the rate made it grow up to die length of 850mm of the body section, and ended the pull-up.

[0040] The part of 200mm (nitrogen concentration  $1.5 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>3</sup>) - 600mm of body sections (nitrogen concentration  $2.8 \times 10^{14}$  atoms/cm<sup>3</sup>) was extracted among the single crystals which were able to be pulled up, and after forming 4 micrometers of epitaxial layers in the silicon wafer cut down from this part, the epitaxial defect was inspected using the surfboard scan (surface-discontinuity test equipment).

[0041] Drawing 5 is drawing showing the comparison of the epitaxial defect density of a single crystal grown up by the manufacturing installation before optimization of a hot zone ( drawing 7 (a) ), and the manufacturing installation after optimization of a hot zone ( drawing 7 (b) ). In the range of 200mm - 600mm crystal die length, all are understood that the single crystals which were able to be pulled up by the manufacturing installation before optimization of a hot zone are decreasing in number to extent with which epitaxial defect density is hardly detected by pulling up by the manufacturing installation after optimizing a hot zone, although epitaxial defect density was 2 or more [ 6 //cm ] and a high value.

[0042] [Effect of the Invention] according to the approach to pull up the single crystal of this invention, even if it is the wafer produced from the silicon single crystal which doped nitrogen and was manufactured, it becomes the factor of an epitaxial defect -- growth of a stable precipitation-of-oxygen nucleus can be controlled thermally. If this uses the wafer cut down from this silicon single crystal, the epitaxial wafer



of high quality with few epitaxial defects can be manufactured.

---

[Translation done.]

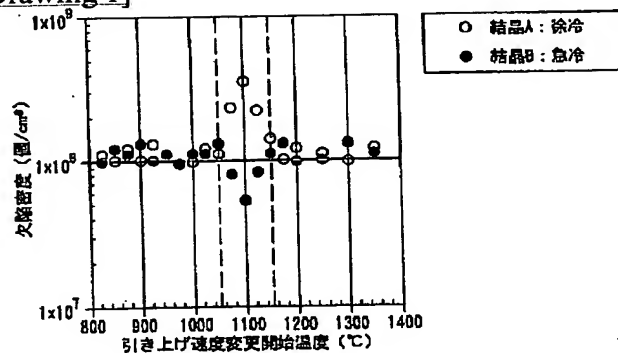
## \* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

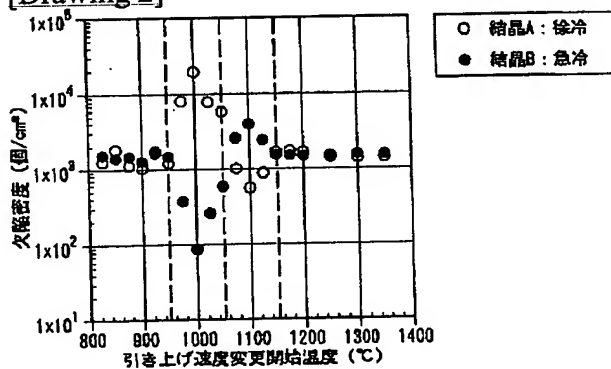
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

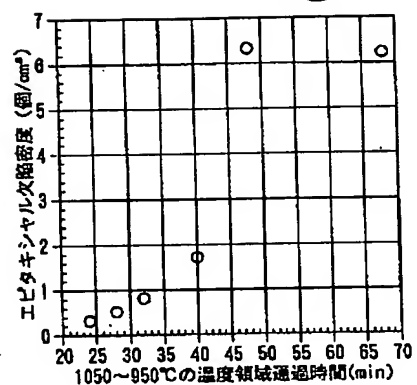
[Drawing 1]



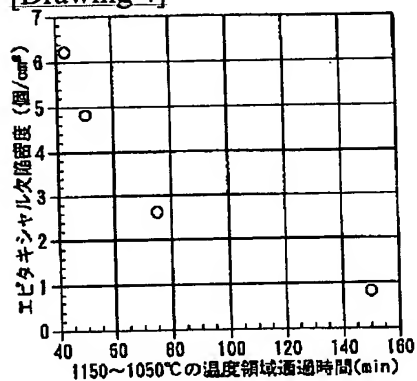
[Drawing 2]



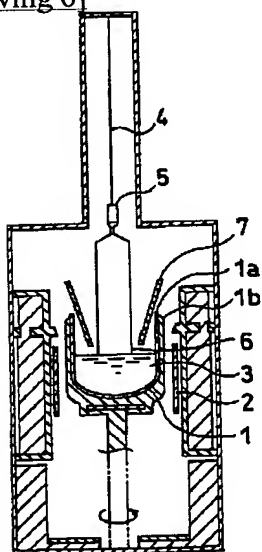
[Drawing 3]



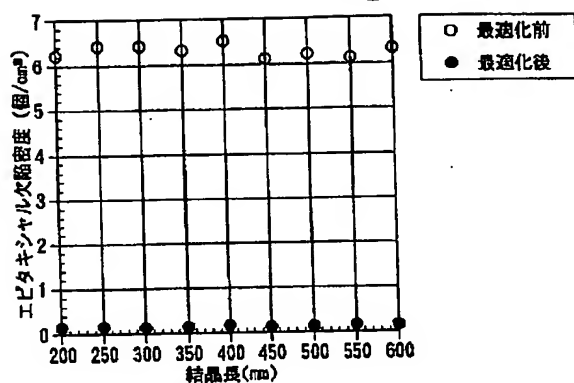
[Drawing 4]



[Drawing 6]



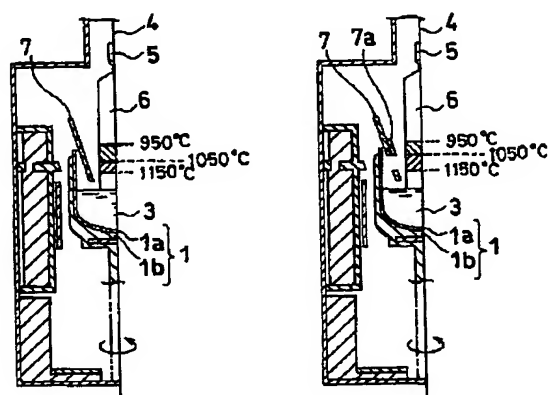
[Drawing 5]



[Drawing 7]

(a)

(b)



[Translation done.]